

DERWENT-ACC-NO: 1989-218147

DERWENT-WEEK: 198930

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Synthesis of diamond film - by decomposing
organic cpd. in high temp. plasma maintained at specified
density and temp.

PATENT-ASSIGNEE: FUJITSU LTD[FUIT]

PRIORITY-DATA: 1987JP-0313143 (December 12, 1987)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
PAGES MAIN-IPC		
JP 01157496 A	June 20, 1989	N/A
004 N/A		
JP 95029875 B2	April 5, 1995	N/A
004 C30B 029/04		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
JP 01157496A	N/A	1987JP-0313143
December 12, 1987		
JP 95029875B2	N/A	1987JP-0313143
December 12, 1987		
JP 95029875B2	Based on	JP 1157496
N/A		

INT-CL (IPC): C01B031/06, C30B029/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 01157496A

BASIC-ABSTRACT:

Organic cpd or a carbonaceous substance, eg methane, carbon, etc, is decomposed or vapourised in a high-temp plasma which is produced by discharge in a transition region from glow discharge to arc discharge under a condition of 1000-3000 deg C plasma temp and 10 power 3 - 10 power 16 cm-3 plasma density eg

in such a way as to cause diamond film to deposit on the surface of a base material such as Si wafer, etc, kept at 800-1200 deg C.

USE/ADVANTAGE - The method can effectively and advantageously form synthetic diamond film of practically usable thickness of 1 mm or more at high forming rates.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/3

TITLE-TERMS: SYNTHESIS DIAMOND FILM DECOMPOSE ORGANIC COMPOUND HIGH TEMPERATURE
PLASMA MAINTAIN SPECIFIED DENSITY TEMPERATURE

DERWENT-CLASS: E36 J04 L02 L03

CPI-CODES: E31-N03; J04-X; L02-F05;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

C106 C810 M411 M720 M903 M904 M910 N209 N224 N515

Q453 R043

Specfic Compounds

01776P

Registry Numbers

1704X 1724X 1711X 1714X 89290

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 0323S; 1776P

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1989-097342

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-157496

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)6月20日

C 30 B 29/04
C 01 B 31/06

8518-4G
A-8218-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 ダイヤモンド膜の合成方法

⑯ 特 願 昭62-313143

⑰ 出 願 昭62(1987)12月12日

⑱ 発 明 者 河 原 田 元 信 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社
内

⑱ 発 明 者 栗 原 和 明 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社
内

⑱ 発 明 者 佐々木 謙一 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社
内

⑱ 発 明 者 越 野 長 明 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地 富士通株式会社
内

⑲ 出 願 人 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地

⑳ 代 理 人 弁理士 青木 朗 外3名

明 細 書

1. 発明の名称

ダイヤモンド膜の合成方法

2. 特許請求の範囲

1. グロー放電からアーク放電への遷移領域の放電により発生した熱プラズマ中で有機化合物又は炭素材を分解又は蒸発させて基体表面にダイヤモンド膜を堆積することを特徴とするダイヤモンド膜の合成法。

3. 発明の詳細な説明

(概 要)

ダイヤモンド膜の合成法に関し、

グロー放電による低温プラズマ法では堆積速度が遅く、一方アーク放電による高温プラズマ法では基板の融解、ダイヤモンド膜の剥離などのため実用的な厚さのダイヤモンド膜が得られない問題点を解決することを目的として、

グロー放電からアーク放電への遷移領域の放電を利用した熱プラズマを用いてダイヤモンド膜を合成するように構成する。

(産業上の利用分野)

本発明はダイヤモンド膜の合成法に係り、とりわけエレクトロニクス分野に応用しうるために実用的な速度で実用的な厚さのダイヤモンド膜を堆積する合成法に向けられている。

(従来の技術)

近年CVD法で人工的にダイヤモンド膜が合成され、エレクトロニクス分野への応用が注目されている。とくにアーク放電によって発生させた熱プラズマを用いた新しいダイヤモンド膜合成方法が発明され、大きな製膜速度が得られ、ダイヤモンド膜の実用化が近づきつつある(特開昭62-158195号公報)。

この特開昭62-158195号公報はグロー放電による低温プラズマ法を用いる従前のダイヤモンド膜の合成法ではイオン、ラジカル等のプラズマ濃度が低いためにダイヤモンドの堆積速度が遅いことに鑑みて、プラズマ密度を高いアーク放電による高温プラズマを用いることによって高速度のダイ

ダイヤモンドの堆積を可能にする方法を提供するものである。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、本発明者らも同様の研究を別途進めていたが、アーク放電領域で発生した熱プラズマは、数千度以上と非常に高温であり、基板の隔解、温度上昇に伴うダイヤモンドの炭化、基板からのはく離などの問題が発生し、実用的な厚さのダイヤモンド膜は得られないことが判明した。

そこで、本発明は、実用的な堆積速度で実用的な厚さのダイヤモンド膜を合成する方法を提供することを目的とする。

(問題点を解決するための手段)

本発明は、上記問題点を、グロー放電からアーク放電への遷移領域の放電を用いてダイヤモンド膜を合成することによって、解決するものである。すなわち、本発明は、グロー放電からアーク放電への遷移領域の放電により発生した熱プラズマ

中で有機化合物又は炭素材を分解又は蒸発させて基体表面にダイヤモンド膜を堆積することの特徴とするダイヤモンド膜の合成方法にある。

第1図に放電電流と放電圧の関係を示すが、同図中、比較的高い電圧、低い電流で電圧一定の領域がグロー放電であり、また比較的低い電圧、高い電流で電圧一定の領域がアーク放電である。そして、その中間で電圧が急激に降下する領域が、本発明でいうグロー放電とアーク放電の遷移領域である。前述の如く、グロー放電領域ではプラズマ温度は低いがプラズマ密度も低いためにダイヤモンドの堆積速度が小さく、一方アーク放電領域ではプラズマ密度は高いがプラズマ温度も高いためにダイヤモンドを実用的な厚さで得ることができない。そこで、本発明は、アーク放電にこそ及ばないもののグロー放電よりはるかに高いプラズマ密度が得られ、しかもプラズマ温度が低いグロー放電とアーク放電の遷移領域の放電を利用するものである。

グロー放電とアーク放電の遷移領域の放電を発

生させるには、直流電源(100V、50A)、真空容器としては0.21~0.5気圧程度に減圧されたものを用いる。

この遷移領域におけるプラズマ温度は1000~3000℃程度、プラズマ密度は $10^{18} \sim 10^{19} \text{cm}^{-3}$ 程度である。

プラズマ発生用ガス、ダイヤモンドの炭素源としての有機化合物又は炭素材は特開昭62-158195号公報等に記載されている慣用のものと同様であることができる。

ダイヤモンド膜を堆積させる基体の温度は800~1200℃に冷却することが望ましく、その方法は公知の方法によることができる。

(実施例)

第2図に直流プラズマジェット装置を示す。同図中、11がアノード、12がカソード、13が直流電源、14が基板、15が水冷基板ホルダー、16がダイヤモンド膜である。そして、17はアーク、18はプラズマジェットを表わす。

この装置を用い、ガスとして水素とメタンをそれぞれ20ℓ/min及び0.2ℓ/minの流量で導入して実験した。

まず、この状態で電流-電圧特性を測定したところ、第3図に示す結果が得られた。同図中、dはアノード-カソード間距離を表わし、 $d=1\text{mm}$ と $d=0.5\text{mm}$ の2種類について実験した。

次に、電流変化に対して電圧が一定の電流40A以上の領域すなわちアーク放電領域でプラズマを発生させた。基板としてシリコン基板を用い、水冷しておいたが、プラズマを基板に照射すると、急激な温度上昇でシリコン基板の一部が割れ、他は融解してしまった。

そこで、グロー放電からアーク放電への遷移領域(電流10~30A)でプラズマを発生させ、同じく水冷したシリコン基板に照射したところ、シリコン基板の割れや融解は起こらず、厚さ1mm以上のダイヤモンド膜が合成された。この膜がダイヤモンドであることはX線解析により確認された。

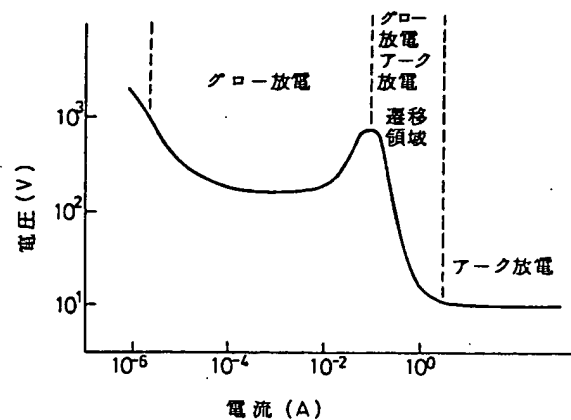
(発明の効果)

本発明によれば、グロー放電からアーク放電への遷移領域の放電によるプラズマを用いることにより、高プラズマ密度でありながらプラズマ温度が低く抑えられるために、基板を損傷することなく、厚いダイヤモンド膜を高速に合成することが可能になる。

4. 図面の簡単な説明

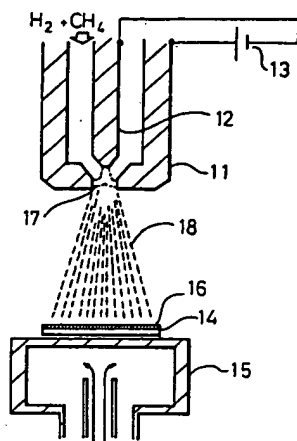
第1図は放電現象における電流・電圧特性を示す図、第2図は直流プラズマ式ダイヤモンド膜合成装置の模式図、第3図は実施例の電流-電圧特性を示す図である。

- 11…アノード、 12…カソード、
13…直流電源、 14…基板、
15…水冷基板ホルダー、
16…ダイヤモンド膜、 17…アーク、
18…プラズマジェット。



放電現象における電流・電圧特性

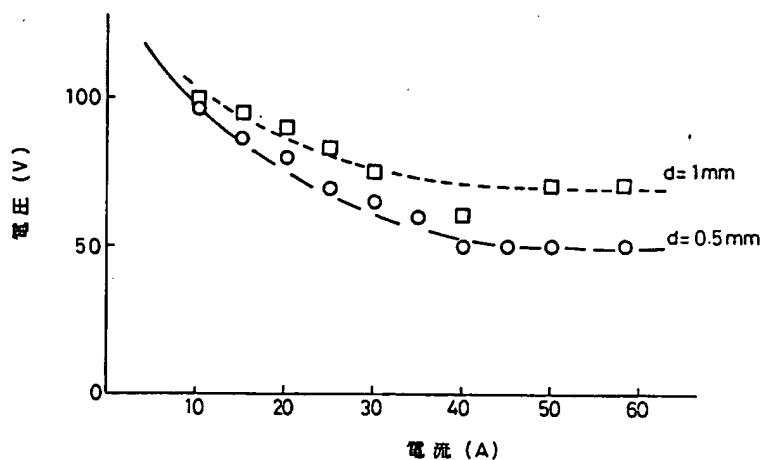
第1図



ダイヤモンド合成装置

第2図

- 11…アノード
12…カソード
13…直流電源
14…基板
15…水冷基板ホルダー
16…ダイヤモンド膜
17…アーク
18…プラズマ



電流 - 電圧特性

第3図

手続補正書(名称)

昭和 62 年 12 月 23 日

特許庁長官 小 川 邦 夫 殿

1. 事件の表示 ³¹³¹⁴³
62-313143
昭和62年12月12日提出の特許願(3)

2. 発明の名称
ダイヤモンド膜の合成方法

3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人

名称 (522) 富士通株式会社

4. 代理人
住所 〒105 東京都港区虎ノ門一丁目8番10号
静光虎ノ門ビル 電話 504-0721
氏名 弁理士(6579) 青 木 朗
(外3名)



が本発明で用いる放電領域である。」

(6) 同第5頁第1行の「には、」と「直流」の間に「例えば、」を加入する。

(7) 同第5頁第2行の「0.21」を「0.01」に補正する。

(8) 同第5頁第3行の「。」を「が、これに限定されない。」に補正する。

(9) 同第5頁第5行の「10³」を「10¹²」に補正する。

(10) 同第6頁第19行の「解析」を「回折」に補正する。

7. 添付書類の目録

特許請求の範囲

1 通

5. 補正の対象

(1) 明細書の「特許請求の範囲」の欄

(2) 明細書の「発明の詳細な説明」の欄

6. 補正の内容

(1) 特許請求の範囲を別紙の通りに補正する。

(2) 明細書第3頁第8行の「隔」を「融」に補正する。

(3) 同第3頁第9行の「発生し、」と「実用的」の間に「例えば数 μ ～100 μ 程度の」を加入する。

(4) 同第4頁第1行の「炭素材」と「を」の間に「等の炭素源」を加入する。

(5) 同第4頁第10行の「である。」と「前述」の間に下記記載を加入する。

「なお、第1図における電流電圧は特定の装置、ガス、真空度等を前提としたものであり、特定の電流値、電圧値が必ずしも特定の放電領域と結びつくものではない。要は、放電電流を次第に増大してゆくときの電圧の変化の特性の問題であって、グロー放電領域からアーク放電領域へ遷移するとき、少ない電流変化で電圧が急激に降下する領域

2. 特許請求の範囲

1. グロー放電からアーク放電への遷移領域の放電により発生した熱プラズマ中で炭素源を分解又は蒸発させて基体表面にダイヤモンド膜を堆積することを特徴とするダイヤモンド膜の合成法。